

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-168207

(43)Date of publication of application : 13.06.2003

(51)Int.Cl.

G11B 5/66  
 G11B 5/65  
 G11B 5/667  
 G11B 5/738  
 G11B 5/851  
 H01F 10/16  
 H01F 41/18

(21)Application number : 2001-365280

(71)Applicant : FUJI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 29.11.2001

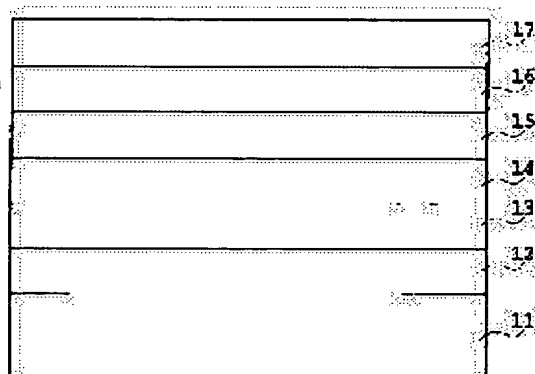
(72)Inventor : SAKAI YASUSHI  
 WATANABE SADAYUKI  
 UWAZUMI HIROYUKI

**(54) PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MANUFACTURING METHOD FOR PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a perpendicular magnetic recording medium free from elution of Co from a granular magnetic layer and having excellent electromagnetic transducing characteristics, durability, and productivity and to provide a manufacturing method therefor.

**SOLUTION:** The magnetic layer of the perpendicular magnetic recording medium is constituted of a first magnetic layer 14 of a CoCr based alloy which has a granular structure and whose non-magnetic grain boundary consists of metal oxides or nitrides and a second magnetic layer 15 of a CoCr based alloy which has a non-granular structure and whose non-magnetic grain boundary does not contain metal oxides nor nitride.

Thereby, in the first magnetic layer 14, satisfactory electromagnetic transducing characteristics due to the granular structure thereof is secured, while in the second magnetic layer 15, Co atoms eluted from the non-magnetic grain boundary of the first magnetic layer are blocked and high durability of the medium can be secured. Spike noise caused by a soft magnetic backing layer 24 can be drastically suppressed by additionally providing a multi layered base layer 22 and a magnetic domain controlling layer 23 between a non-magnetic substrate 21 and the soft magnetic backing layer 24.



BEST AVAILABLE COPY

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 14.09.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the vertical-magnetic-recording medium characterized by for a soft magnetism backing layer, an interlayer, the magnetic layer of a CoCr system alloy layer, a protective layer, and a fluid lubrication agent layer being the vertical-magnetic-recording media which come to carry out a laminating one by one, and said magnetic layer consisting of the 1st magnetic layer of the granular structure prepared at said interlayer side, and the 2nd magnetic layer of the non-granular structure prepared at said protective layer side on a nonmagnetic base.

[Claim 2] One metal of Ti, Re, Ru, and Os with which said interlayer has the crystal structure of hexagonal closest packing (hcp), or the vertical-magnetic-recording medium according to claim 1 characterized by consisting of alloys containing a kind of metal of Ti, Re, Ru, and the Os(es) at least.

[Claim 3] The vertical-magnetic-recording medium according to claim 1 or 2 characterized by carrying out the laminating of the magnetic-domain control layer by the side of the substrate layer by the side of said nonmagnetic base, and said soft magnetism backing layer one by one between said nonmagnetic base and said soft magnetism backing layer.

[Claim 4] The process which forms a soft magnetism backing layer on a non-heating nonmagnetic base, and the process which forms an interlayer on this soft magnetism backing layer, The process which forms the 1st magnetic layer of the CoCr system alloy layer which has granular structure on this interlayer by the spatter, this — with the process which forms the 2nd magnetic layer of the CoCr system alloy layer which has non-granular structure on the 1st magnetic layer by the spatter It has at least the process which forms a protective layer on the 2nd magnetic layer, and the process which forms a fluid lubrication agent layer on this protective layer. this — the gas pressure at the time of membrane formation of said 1st magnetic layer by 10 or more mTorr. And the manufacture approach of the vertical-magnetic-recording medium characterized by the gas pressure at the time of membrane formation of said 2nd magnetic layer being 15 or less mTorr.

[Claim 5] The manufacture approach of the vertical-magnetic-recording medium according to claim 4 characterized by having the process which heat-treats said nonmagnetic base in membrane formation equipment after membrane formation of said 2nd magnetic layer.

[Claim 6] The manufacture approach of the vertical-magnetic-recording medium according to claim 5 characterized by having the process which quenches said nonmagnetic base in membrane formation equipment after heat-treatment of said nonmagnetic base.

[Claim 7] The manufacture approach of the vertical-magnetic-recording medium according to claim 4 to 6 characterized by having the process which forms a substrate layer right above [ of said nonmagnetic base ], and the process which forms a magnetic-domain control layer right above [ of this substrate layer ].

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the vertical-magnetic-recording medium which equipped the detail with the outstanding magnetic parametric performance and good endurance more about the manufacture approach of a vertical-magnetic-recording medium and a vertical-magnetic-recording medium, and was excellent in productivity, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] As a technique of realizing densification of magnetic recording, it replaces with the conventional longitudinal magnetic-recording method, and vertical magnetic recording is attracting attention.

[0003] As a charge of magnetic-recording layer material for vertical-magnetic-recording media, the CoCr system alloy crystalline substance film is mainly examined, and current and in order to use for a vertical magnetic recording, crystal orientation is controlled so that the c-axis of a CoCr system alloy with hexagonal-closest-packing (hcp) structure becomes a perpendicular (the c-th page is parallel to a film surface) to a film surface. Attempts, such as reduction of detailed-izing of this CoCr system crystal grain and particle size distribution and reduction of the magnetic interaction between grains, are performed to the further future densification of a CoCr system alloy.

[0004] On the other hand, the magnetic layer with the structure which surrounded the perimeter of the magnetic crystal grain generally called [ in / as a formula / on the other hand / JP,8-255342,A or a U.S. Pat. No. 5679473 number specification ] a granular magnetic layer of the magnetic layer structure control for the densification of a longitudinal record medium with a nonmagnetic non-metallic substance like an oxide or a nitride is proposed. Since such a granular magnetic film controls formation of the zigzag magnetic domain wall which the magnetic interaction between magnetic particles falls and is produced in the transition region which is a record bit in order that the grain boundary phase of a nonmagnetic nonmetal may separate a magnetic particle physically, it is thought that low noise figure is obtained and using a granular magnetic layer is proposed as a recording layer of a vertical-magnetic-recording medium. for example, IEEE Trans., Mag., Vol.36, and 2393 (2000) \*\*\*\* — the vertical recording medium which used Ru as the substrate layer and used the CoPtCrO alloy with granular structure as the magnetic layer is indicated, and the magnetic properties to which the thickness of Ru layer which is a substrate layer of a granular magnetic layer is made to increase and which were alike, and followed, and whose c-axis stacking tendency improved, and were excellent in connection with it, and a magnetic parametric performance are acquired.

[0005] On the other hand, in the magnetic recording medium using the surfacing mold magnetic head, since the distance between the magnetic head and magnetic-recording medium is very as small as several 10nm, the friction abrasion characteristics between head-media influence in the endurance of equipment strongly. Therefore, generally raising friction abrasion characteristics with a head is performed by applying fluid lubrication material with 1000 molecular weight to a medium front face. Here, when Co atom contained in the magnetic layer of a medium deposits on a medium front face, the Co atom promotes decomposition of the fluid lubrication material on the front face of a medium, and degrading the endurance of a medium remarkably is known. Then, in order to prevent a deposit of such a Co atom, it is indispensable when the thickness of a medium protective coat, management of membraneous quality, control of medium surface roughness, etc. produce a medium.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, according to examination of this invention persons, when a granular magnetic layer was used as a magnetic layer, it became clear that Co atom contained in a magnetic layer deposited easily on a medium front face. In order to acquire especially excellent magnetic properties and a magnetic parametric performance, when Ar gas pressure at the time of spatter membrane formation is made to increase, Co elution volume becomes more remarkable. If Co atom deposits on a medium front face, when the Co atom disassembles the fluid lubrication material molecule on the front face of a medium, the problem of making it deteriorate remarkably will produce the friction wear endurance of a medium.

[0007] The place which this invention is made in view of such a problem, and is made into the purpose reconciles the magnetic parametric performance which controlled the elution of Co from a granular magnetic layer, and was excellent, and good endurance, and is to provide the vertical-magnetic-recording medium list excellent in productivity with the manufacture approach further.

[0008]

[Means for Solving the Problem] In order to attain such a purpose, this invention according to claim 1 is the vertical-magnetic-recording medium by which it comes to carry out the laminating of a soft magnetism backing layer, an interlayer, the magnetic layer of a CoCr system alloy layer, a protective layer, and the fluid lubrication agent layer one by one on a nonmagnetic base. Said magnetic layer is characterized by consisting of the 1st magnetic layer of the granular structure prepared in said interlayer side, and the 2nd magnetic layer of the non-granular structure prepared in said protective layer side.

[0009] Moreover, invention according to claim 2 is characterized by consisting of alloys containing a kind of metal one metal of Ti, Re, Ru, and Os with which said interlayer has the crystal structure of hexagonal closest packing (hcp), or of Ti, Re, Ru, and the Os(es) at least in a vertical-magnetic-recording medium according to claim 1.

[0010] Furthermore, invention according to claim 3 is characterized by carrying out the laminating of the magnetic-domain control layer by the side of the substrate layer by the side of said nonmagnetic base, and said soft magnetism backing layer one by one between said nonmagnetic base and said soft magnetism backing layer in a vertical-magnetic-recording medium according to claim 1 or 2.

[0011] The process which invention according to claim 4 is the manufacture approach of a vertical-magnetic-recording medium, and forms a soft magnetism backing layer on a non-heating nonmagnetic base. The process which forms an interlayer on this soft magnetism backing layer, and the process which forms the 1st magnetic layer of the CoCr system alloy layer which has granular structure on this interlayer by the spatter, this — with the process which forms the 2nd magnetic layer of the CoCr system alloy layer which has non-granular structure on the 1st magnetic layer by the spatter this — it is characterized by having at least the process which forms a protective layer on the 2nd magnetic layer, and the process which forms a fluid lubrication agent layer on this protective layer, and for the gas pressure at the time of membrane formation of said 1st magnetic layer being 10 or more mTorr, and the gas pressure at the time of membrane formation of said 2nd magnetic layer being 15 or less mTorr.

[0012] Moreover, invention according to claim 5 is characterized by having the process which heat-treats said nonmagnetic base in membrane formation equipment after membrane formation of said 2nd magnetic layer in the manufacture approach of a vertical-magnetic-recording medium according to claim 4.

[0013] Moreover, invention according to claim 6 is characterized by having the process which quenches said nonmagnetic base in membrane formation equipment after heat-treatment of said nonmagnetic base in the manufacture approach of a vertical-magnetic-recording medium according to claim 5.

[0014] Furthermore, invention according to claim 7 is characterized by having the process which forms a substrate layer right above [ of said nonmagnetic base ], and the process which forms a magnetic-domain control layer right above [ of this substrate layer ] in the manufacture approach of a vertical-magnetic-recording medium according to claim 4 to 6.

[0015]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the gestalt of operation of this invention is explained with reference to a drawing.

[0016] Drawing 1 is drawing for explaining the example of a configuration of the vertical-magnetic-recording medium of this invention, on the nonmagnetic base 11, the laminating of the soft magnetism backing layer 12, an interlayer 13, the 1st magnetic layer 14, the 2nd magnetic layer 15, and the protective layer 16 is carried out one by one, on a protective layer 16, the fluid lubrication agent layer 17 is formed further, and the vertical-magnetic-recording medium is constituted.

[0017] Drawing 2 is drawing for explaining other examples of a configuration of the vertical-magnetic-recording medium of this invention. Moreover, a vertical-magnetic-recording medium on the nonmagnetic base 21, the laminating of the multilayer substrate layer 22 which consisted of two or more layers, the magnetic-domain control layer 23, the soft magnetism backing layer 24, an interlayer 25, the 1st magnetic layer 26, the 2nd magnetic layer 27, and the protective layer 28 is carried out one by one, and on a protective layer 28, the fluid lubrication agent layer 29 is formed further, and it is constituted.

[0018] In the vertical-magnetic-recording medium of this invention as nonmagnetic bases 11 and 21 aluminum alloy which performed NiP plating used for the usual magnetic-recording media, tempered glass or glass ceramics, etc. can be used. As a magnetic-domain control layer 23 Hard magnetic films, such as CoCrTa and CoCrPt which carried out orientation of the magnetization to radial [ of antiferromagnetism film which consists of an alloy system containing Mn, such as PtMn and IrMn, or the nonmagnetic base 21 ], and CoCrPtB film, can be used. In addition, as for this magnetic-domain control layer 23, it is desirable to consider as about 5-300nm thickness.

[0019] As a multilayer substrate layer 22, when using the antiferromagnetism film of Mn alloy system as a magnetic-domain control layer 23, it is desirable to use nonmagnetic alloys, such as nonmagnetic single metals, such as Cu, Ir, etc. which have face-centered-cubic (fcc) structure, or NiFeCr, etc. In this case, in order to control the fine structure of these nonmagnetic single metal membranes or the nonmagnetic alloy film, it is still better for that lower layer also as preparing layers of 3-30nm thickness, such as Ta, Zr, and Nb. Moreover, when a hard magnetic film is used as a magnetic-domain control layer 23, Cr alloys, such as CrMo and CrW, etc. can be used as a multilayer substrate layer 22. Also in this case, further, in order to control the fine structure of these Cr alloy film in that lower layer, a substrate layer may be prepared. In addition, this multilayer substrate layer 22 does not necessarily need to be a multilayer substrate layer which consisted of

two or more layers, and may be a substrate layer of a monolayer by request.

[0020] As soft magnetism backing layers 12 and 24, although a NiFe alloy, the Sendust (FeSiAl) alloy, etc. can be used, a good magnetic parametric performance can be acquired by using amorphous Co alloy, for example, CoNbZr, CoTaZr, etc. In addition, although the optimum value of the thickness of the soft magnetism backing layers 12 and 24 changes with the structures and the properties of the magnetic head used for magnetic recording, it is desirable from balance with productivity that it is [ 10nm or more ] 300nm or less.

[0021] As interlayers 13 and 25, the crystal stacking tendency of the 1st magnetic layer 14 and 26. The ingredient for controlling suitably the diameter of crystal grain and grain boundary segregation can be used suitably. Especially from a viewpoint of crystal orientation control of the 1st magnetic layer 14 and 26 it is desirable that it is an alloy containing at least one metal of Ti, Re, Ru, and Os(es) which have the crystal structure of hexagonal closest packing (hcp), or a kind of metal of Ti, Re, Ru, and the Os(es). in addition -- although especially the thickness is not what is limited -- record playback -- it is desirable to consider as the minimum thickness needed from improvement in resolution or a viewpoint of productivity for the 1st magnetic layer 14 and crystal structure control of 26.

[0022] The 1st magnetic layer 14 and 26 is the so-called granular magnetic layer which it becomes the CoCr system alloy crystal grain which has ferromagnetism from the nonmagnetic grain boundary which surround it, and the nonmagnetic grain boundary becomes from a metaled oxide or a metaled nitride. This granular structure is producible with sputtering which used as the target the ferromagnetic metal containing the oxide which constitutes for example, a nonmagnetic grain boundary, and reactive sputtering which used the ferromagnetic metal as the target in Ar gas ambient atmosphere containing oxygen. In addition, in order to acquire a property good as a granular magnetic layer, it is necessary to set gas pressure at the time of membrane formation to 10 or more mTorr.

[0023] It is desirable to add at least one element in Pt, nickel, and Ta into a CoCr alloy from a viewpoint which acquires the magnetic properties which the CoCr system alloy was suitably used as an ingredient for forming the crystal which has ferromagnetism here, and were excellent especially, and record reproducing characteristics. It is desirable to use the oxide of at least one element in Cr, Co, Si, aluminum, Ti, Ta, Hf, and Zr from a viewpoint which forms stable granular structure on the other hand as an ingredient which constitutes a nonmagnetic grain boundary, and in order that the thickness may raise account rec/play biodegradation ability, it is desirable to be referred to as 30nm or less.

[0024] The 2nd magnetic layer 15 and 27 is constituted from CoCr system alloy crystalline substance film of the non-granular structure which does not contain a metaled oxide or a metaled nitride by the nonmagnetic grain boundary. As an example of an usable ingredient, alloy system ingredients, such as CoCr, CoCrTa, CoCrPt, CoCrPtTa, and CoCrPtB, can be mentioned to membrane formation of this CoCr system alloy crystalline substance film. In addition, in order to produce the vertical-magnetic-recording medium excellent in endurance, it is necessary to set gas pressure at the time of forming the 2nd magnetic layer 14 and 27 to 15 or less mTorr, and, as for the thickness, it is desirable that it is 20nm or less.

[0025] That is, the magnetic layer for performing magnetic recording is constituted from two-layer, the 1st magnetic layer by the side of a nonmagnetic base is constituted from a CoCr system alloy of granular structure with which that nonmagnetic grain boundary consists of a metaled oxide or a metaled nitride, and the CoCr system alloy of the non-granular structure which does not contain a metaled oxide or a metaled nitride in a nonmagnetic grain boundary constitutes the 2nd magnetic layer prepared on this from the vertical-magnetic-recording medium of this invention. While collateralizing the good magnetic parametric performance to which the 1st magnetic layer originates in the granular structure among these magnetic layers, the 2nd magnetic layer is constituted so that Co atom eluted from the nonmagnetic grain boundary of the 1st magnetic layer may be blocked and the high endurance of a medium may be collateralized.

[0026] The protective coat which can use the protective coat currently used conventionally, for example, makes carbon a subject can be used for protective layers 16 and 28. Moreover, the fluid lubrication agent layers 17 and 29 can also use the ingredient currently used conventionally, for example, can use the lubricant of a perfluoro polyether system. In addition, the terms and conditions used by the usual magnetic-recording medium can be used for conditions, such as conditions, such as thickness of protective layers 16 and 28, and thickness of the fluid lubrication agent layers 17 and 29, as they are.

[0027] The example of the manufacture approach of the vertical-magnetic-recording medium of this invention is explained below. In addition, it does not pass over these examples for the example of representation for explaining suitably the manufacture approach of the vertical-magnetic-recording medium of this invention, and they are not limited to these.

[0028] (Example 1) After introducing this in the after [ washing ] sputtering system and carrying out 30nm laminating of 200nm and the Ru interlayer for a CoZrNb amorphous soft magnetism backing layer as a nonmagnetic base using a chemically-strengthened-glass substrate (for example, N[ by Hoya Corp. ]-5 glass substrate) with a smooth front face, the 20nm of the 1st magnetic layer was formed by RF spatter using CoCrPt-SiO<sub>2</sub> target, and the 10nm of the 2nd magnetic layer was made to form further using a CoCrPtB target. Here, the 1st magnetic layer and 2nd magnetic layer are forming membranes on the conditions to which various gas pressure was changed. It took out from vacuum devices after forming 5nm of protective layers which become the last from carbon, and after that, 2nm of fluid lubrication agent layers which consist of a perfluoro polyether was formed with the dip method, and it considered as the vertical-magnetic-recording medium. In addition, heating / quenching processing after magnetic layer membrane formation is not performed

in substrate heating before membrane formation, and a list.

[0029] Thus, after leaving the produced vertical-magnetic-recording medium under the high-humidity/temperature environment of 80%RH at 85 degrees C for 96 hours, Co which rocked for 3 minutes and was eluted in 50ml pure water was extracted, and the concentration was measured by ICP emission spectrochemical analysis. In addition, while measuring the magnetization curve of the medium after the 1st and 2nd magnetic layer membrane formation with the oscillating sample mold magnetometer and evaluating magnetic properties, the spin stand circuit tester having a GMR head estimated the magnetic parametric performance of the medium which formed all layers.

[0030] Table 1 is the result of summarizing Co elution volume of the vertical-magnetic-recording medium which various gas pressure at the time of forming the 2nd magnetic layer was changed to the 1st list, and was produced.

[0031]

[Table 1]

		第 2 磁性層成膜時 圧 (mTorr)				
		5	10	15	20	50
第 1 磁性層 成膜時 圧 (mTorr)	5	1.2	2.5	3.4	9.4	26.9
	10	2.3	3.6	4.4	10.8	35.2
	15	3.1	6.2	6.7	13.2	42.6
	20	5.8	7.8	8.7	15.4	58.1
	50	7.6	8.9	9.2	18.4	65.3
	100	8.7	9.5	9.8	21.3	89.7

(単位:  $\mu\text{g}/\text{m}^2$ )

[0032] The 1st magnetic layer and the 2nd magnetic layer can control the elution volume of Co by reducing the gas pressure at the time of membrane formation so that clearly from this table. When gas pressure of the 2nd magnetic layer is especially set to 15 or less mTorr, it is possible for it not to be based on the gas pressure of the 1st magnetic layer, but to hold down the elution volume of Co to two or less 10microg/m.

[0033] Table 2 is the result of summarizing SNR (the signal of a magnetic parametric performance, and ratio of a noise) in 350kFCI(s) of the vertical-magnetic-recording medium which various gas pressure at the time of membrane formation of the 2nd magnetic layer was changed to the 1st list, and was produced.

[0034]

[Table 2]

		第 2 磁性層成膜時 圧 (mTorr)				
		5	10	15	20	50
第 1 磁性層 成膜時 圧 (mTorr)	5	14.6	14.3	14.1	13.5	12.1
	10	15.2	15.1	15.0	13.9	12.6
	15	16.3	16.1	15.5	15.2	15.1
	20	16.7	16.4	15.7	15.3	15.2
	50	17.1	16.8	16.0	15.6	15.4
	100	18.3	17.2	16.9	16.1	15.8

(単位: dB)

[0035] As shown in this table, when gas pressure at the time of the 1st magnetic layer membrane formation is set to 15 or more mTorr, it is not based on the gas pressure at the time of membrane formation of the 2nd magnetic layer, but the good magnetic parametric performance of 15dB or more is acquired. Moreover, in the field of 15 or less mTorr, the value of 15dB or more is acquired [ in / in the gas pressure at the time of the 2nd magnetic layer membrane formation / the medium of 10 or more mTorr ] for the gas pressure at the time of the 1st magnetic layer membrane formation.

[0036] Thus, in order to control Co elution volume to two or less 10microg/m and to set the SNR value in recording density 350kFCI to 15dB or more, it turns out that it is necessary set gas pressure at the time of membrane formation of the 1st magnetic layer to 10 or more mTorr, and to set gas pressure at the time of membrane formation of the 2nd magnetic layer to 15 or less mTorr.

[0037] (Example 2) The magnetic-recording medium was produced like the example 1 mentioned above except having produced by performing quenching processing within the same equipment in substrate heating (pre-heating) before membrane formation and heating after the 2nd magnetic layer membrane formation (afterbaking), and a list. However, gas pressure at the time of 50mTorr(s) and the 2nd magnetic layer membrane formation was set constant for the gas pressure at the time of the 1st magnetic layer membrane formation 5 mTorr.

[0038] a table -- three -- front -- stoving temperature -- whenever -- 200 -- degree C -- afterbaking --

temperature — 200 — degree C — afterbaking — processing — continuing — carrying out — cooling — down  
stream processing — ten — a second — the back — a substrate — temperature — 100 — degree C —  
becoming — as — adjustment — carrying out — each — processing — existence — depending — coercive  
force — (— Hc —) — a list — SNR — a value — a value — having collected — a result — it is .

[0039]

[Table 3]

前加熱	後加熱	急冷	H c (Oe)	SNR(@350kFCI) (dB)
なし	なし	なし	5500	17.1
なし	あり	なし	4800	19.3
なし	あり	あり	4500	20.8
あり	なし	なし	820	8.3
あり	あり	なし	1250	10.5
あり	あり	あり	1300	10.8

[0040] SNR is falling to a magnetic-properties list rapidly by performing pre-heat-treatment, and in case the granular magnetic layer which is the 1st magnetic layer is formed, it is necessary to perform a membrane formation process, without heating in advance, as this table shows. Moreover, when afterbaking processing is performed, magnetic properties and the value of SNR are increasing sharply. This is because the property of the CoCr system alloy crystalline substance film which is the 2nd magnetic layer has been improved by afterbaking processing. Furthermore, by performing quenching processing succeeding afterbaking processing shows that the property is improving further.

[0041] (Example 3) Table 4 is the result of summarizing deltathetahalf-value-width 50 value of the rocking curve which asked for the hcp (002) diffraction line of a magnetic layer of the magnetic-recording medium produced like the example 1 with the X-ray diffraction method except having set the thickness to 30nm using various kinds of ingredients as an interlayer. In addition, the case where Ta and Cr which have body center cube (bcc) structure as an interlayer are used is also shown for the comparison.

[0042]

[Table 4]

中間層材料	中間層の結晶構造	$\Delta \theta_{50}$ (度)
Ru	h c p 構造	5.0
Re		5.6
Os		6.5
Ti		8.1
Ru-20%W		4.9
Ti-10%Cr		7.5
Ta	b c c 構造	25.0
Cr		20.4

[0043] This table shows that deltatheta50 is improved when the various ingredients which have hcp structure compared with the case where Ta and Cr which have bcc structure as a nonmagnetic substrate layer are used, and crystal orientation control of a magnetic layer is performed effectively.

[0044] (Example 4) In the manufacture approach given in an example 1, the magnetic-recording medium was produced in the same procedure as an example 1 between the nonmagnetic substrate and the soft magnetism backing layer except for having used Ta target and having formed [ the 1st substrate layer of Ta ] 5nm and 10nm of magnetic-domain control layers of IrMn for the 2nd substrate layer of NiFeCr using 5nm and a NiFeCr target.

[0045] In the vertical-magnetic-recording medium produced by this approach, and the vertical-magnetic-recording medium produced by the approach of an example 1, a difference was not accepted in a magnetic-properties list, especially concerning SNR.

[0046] Drawing 3 compares the output wave for 1 round with the spin stand circuit tester of the vertical-magnetic-recording medium created by these approaches in each. By the vertical-magnetic-recording medium produced by the approach shown in the example 1 of the structure which does not equip a substrate layer list with a magnetic-domain control layer, by considering as the configuration which equips a substrate layer list with a magnetic-domain control layer to the spike noise having occurred in the ununiformity over the perimeter shows that the spike noise is decreasing notably. This is because a magnetic domain wall ceases to be formed in the soft magnetism backing layer by which a laminating is carried out following these by having a magnetic-domain control layer on a nonmagnetic substrate at a substrate layer list.

[0047]



[Effect of the Invention] As explained above, the magnetic layer for performing magnetic recording is constituted from two-layer, the 1st magnetic layer by the side of a nonmagnetic base is constituted from a CoCr system alloy of granular structure with which that nonmagnetic grain boundary consists of a metaled oxide or a metaled nitride, and the CoCr system alloy of the non-granular structure which does not contain a metaled oxide or a metaled nitride in a nonmagnetic grain boundary constitutes the 2nd magnetic layer prepared on this from the vertical-magnetic-recording medium of this invention. While the 1st magnetic layer collateralizes the good magnetic parametric performance which originates in the granular structure among these magnetic layers, the 2nd magnetic layer Since it constituted so that Co atom eluted from the nonmagnetic grain boundary of the 1st magnetic layer might be blocked and the high endurance of a medium might be collateralized Even if it has outstanding magnetic properties and the outstanding magnetic parametric performance and leaves it under the high-humidity/temperature environment of 80%RH at 85 degrees C for 96 hours or more The value which measured the amount of Co which rocked for 3 minutes and was extracted in 50ml pure water by ICP emission spectral analysis is controlled below at area 10microper two g of a disk, and the medium which has dependability over a long period of time [ sufficient ] can be realized. [ of 1m ]

[0048] Furthermore, it becomes possible to control sharply the spike noise which originates in a soft magnetism backing layer and is generated between a nonmagnetic base and a soft magnetism backing layer by giving a magnetic-domain control layer to the substrate layer list which consists of one layer or two or more layers.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP I are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing for explaining the example of a configuration of the vertical-magnetic-recording medium of this invention.

[Drawing 2] It is drawing for explaining other examples of a configuration of the vertical-magnetic-recording medium of this invention.

[Drawing 3] It is drawing for [ for 1 round with the spin stand circuit tester of the vertical-magnetic-recording medium of this invention ] giving output wave explanation.

[Description of Notations]

11 21 Nonmagnetic base

12 24 Soft magnetism backing layer

13 25 Interlayer

14 26 The 1st magnetic layer

15 27 The 2nd magnetic layer

16 28 Protective layer

17 29 Fluid lubrication agent layer

22 Multilayer Substrate Layer

23 Magnetic-Domain Control Layer

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

# 7174

(11) 特許出願公開番号

特開2003-168207

(P2003-168207A)

(43) 公開日 平成15年6月13日 (2003.6.13)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マコ-ト\* (参考)

G 1 1 B 5/66

G 1 1 B 5/66

5 D 0 0 6

5/65

5/65

5 D 1 1 2

5/667

5/667

5 E 0 4 9

5/738

5/738

5/851

5/851

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2001-365280(P2001-365280)

(22) 出願日

平成13年11月29日 (2001.11.29)

(71) 出願人 000005234

富士電機株式会社

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

(72) 発明者 酒井 泰志

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 渡辺 貞幸

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(74) 代理人 100077481

弁理士 谷 義一 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 垂直磁気記録媒体及び垂直磁気記録媒体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 グラニューラ磁性層からのC oの溶出がなく、電磁変換特性、耐久性、及び、生産性に優れた垂直磁気記録媒体及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 垂直磁気記録媒体の磁性層を、非磁性粒界が金属の酸化物または窒化物からなるグラニューラ構造のC o C r系合金の第1の磁性層14と、非磁性粒界に金属の酸化物や窒化物を含有しない非グラニューラ構造のC o C r系合金の第2の磁性層15で構成することとした。これにより、第1の磁性層14が、そのグラニューラ構造に起因する良好な電磁変換特性を担保する一方、第2の磁性層15は、第1の磁性層の非磁性粒界から溶出してくるC o原子をブロックして媒体の高い耐久性を担保することが可能となる。更に、非磁性基体21と軟磁性裏打ち層24との間に、多層下地層22及び磁区制御層23を付与することにより軟磁性裏打ち層24に起因して発生するスパイクノイズを大幅に抑制することが可能となる。

	17
	16
	15
	14
	13
	12
	11

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基体上に、軟磁性裏打ち層と、中間層と、C<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系合金層の磁性層と、保護層と、液体潤滑剤層とが順次積層されてなる垂直磁気記録媒体であって、

前記磁性層は、前記中間層側に設けられたグラニユラ構造の第1の磁性層と、前記保護層側に設けられた非グラニユラ構造の第2の磁性層とから構成されていることを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【請求項2】 前記中間層が、六方最密充填(hcp)の結晶構造を有するTi、Re、Ru、Osのいずれかの金属、又は、Ti、Re、Ru、Osのうちの少なくとも一種の金属を含む合金で構成されていることを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項3】 前記非磁性基体と前記軟磁性裏打ち層との間に、前記非磁性基体側の下地層と前記軟磁性裏打ち層側の磁区制御層を順次積層させたことを特徴とする請求項1又は2に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項4】 非加熱の非磁性基体上に軟磁性裏打ち層を成膜する工程と、該軟磁性裏打ち層上に中間層を成膜する工程と、該中間層上にグラニユラ構造を有するC<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系合金層の第1の磁性層をスパッタ法により成膜する工程と、該第1の磁性層上に非グラニユラ構造を有するC<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系合金層の第2の磁性層をスパッタ法により成膜する工程と、該第2の磁性層上に保護層を成膜する工程と、該保護層上に液体潤滑剤層を成膜する工程とを少なくとも備え、

前記第1の磁性層の成膜時のガス圧が10mTorr以上で、かつ、前記第2の磁性層の成膜時のガス圧が15mTorr以下であることを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】 前記第2の磁性層の成膜後に、成膜装置内において前記非磁性基体を加熱処理する工程を備えることを特徴とする請求項4に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 前記非磁性基体の加熱処理後に、成膜装置内において前記非磁性基体を急冷する工程を備えることを特徴とする請求項5に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 前記非磁性基体の直上に下地層を成膜する工程と、該下地層の直上に磁区制御層を成膜する工程とを備えることを特徴とする請求項4～6のいずれかに記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、垂直磁気記録媒体及び垂直磁気記録媒体の製造方法に関し、より詳細には、優れた電磁変換特性と良好な耐久性とを具え、かつ、生産性に優れた垂直磁気記録媒体及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気記録の高密度化を実現する技術として、従来の長手磁気記録方式に代えて、垂直磁気記録方式が注目されつつある。

【0003】垂直磁気記録媒体用の磁気記録層用材料としては、現在、主にC<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系合金結晶質膜が検討されており、垂直磁気記録に用いるために、六方最密充填(hcp)構造をもつC<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系合金のc軸が膜面に垂直(c面が膜面に平行)になるように結晶配向を制御している。C<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系合金の今後の更なる高密度化に対し、このC<sub>o</sub>C<sub>r</sub>系結晶粒の微細化、粒径分布の低減、粒間の磁気的な相互作用の低減等の試みが行なわれている。

【0004】一方、長手記録媒体の高密度化のための磁性層構造制御の一方式として、例えば特開平8-255342号公報や米国特許5679473号明細書において、一般にグラニユラ磁性層と呼ばれる、磁性結晶粒の周囲を酸化物や窒化物のような非磁性非金属物質で囲んだ構造をもつ磁性層が提案されている。このようなグラニユラ磁性膜は、非磁性非金属の粒界相が磁性粒子を物理的に分離するため、磁性粒子間の磁気的な相互作用が低下し、記録ビットの遷移領域に生じるジグザグ磁壁の形成を抑制するので、低ノイズ特性が得られると考えられており、垂直磁気記録媒体の記録層として、グラニユラ磁性層を用いることが提案されている。例えば、IEE Trans., Mag., Vol. 36, 2393(2000)には、Ruを下地層とし、グラニユラ構造をもつCoPtCrO合金を磁性層とした垂直記録媒体が記載されており、グラニユラ磁性層の下地層であるRu層の膜厚を増加させるにしたがってc軸配向性が向上し、それに伴い優れた磁気特性と電磁変換特性が得られている。

【0005】一方、浮上型磁気ヘッドを用いた磁気記録装置においては、その磁気ヘッドと磁気記録媒体との間の距離が数10nmと非常に小さいため、ヘッドー媒体間の摩擦磨耗特性が装置の耐久性に強く影響する。そのため、媒体表面に分子量数千の液体潤滑材を塗布することで、ヘッドとの摩擦磨耗特性を向上させることが一般に行われている。ここで、媒体の磁性層に含まれているC<sub>o</sub>原子が媒体表面に析出した場合、そのC<sub>o</sub>原子は媒体表面の液体潤滑材の分解を促進し、媒体の耐久性を著しく劣化させてしまうことが知られている。そこでこのようなC<sub>o</sub>原子の析出を防ぐため、媒体保護膜の膜厚や膜質の管理及び媒体表面粗さの制御等が、媒体を作製する上で必要不可欠となっている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本発明者らの検討によると、磁性層としてグラニユラ磁性層を使用した場合には、磁性層に含まれるC<sub>o</sub>原子が媒体表面に容易に析出することが判明した。特に、優れた磁気特性と電磁変換特性を得るためにスパッタ成膜時のAr

ガス圧を増加させた場合にC<sub>o</sub>溶出量はより顕著になる。C<sub>o</sub>原子が媒体表面に析出すると、そのC<sub>o</sub>原子が媒体表面の液体潤滑材分子を分解することにより、媒体の摩擦磨耗耐久性を著しく劣化させてしまうという問題が生じる。

【0007】本発明は、このような問題に鑑みてなされたものであって、その目的とするところは、グラニユラ磁性層からのC<sub>o</sub>の溶出を抑制して優れた電磁変換特性と良好な耐久性とを両立させ、更に、生産性に優れた垂直磁気記録媒体並びにその製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、このような目的を達成するために、請求項1に記載の発明は、非磁性基体上に、軟磁性裏打ち層と、中間層と、C<sub>o</sub>Cr系合金層の磁性層と、保護層と、液体潤滑剤層とが順次積層されてなる垂直磁気記録媒体であって、前記磁性層は、前記中間層側に設けられたグラニユラ構造の第1の磁性層と、前記保護層側に設けられた非グラニユラ構造の第2の磁性層とから構成されていることを特徴とする。

【0009】また、請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の垂直磁気記録媒体において、前記中間層が、六方最密充填(hcp)の結晶構造を有するTi、Re、Ru、Osのいずれかの金属、又は、Ti、Re、Ru、Osのうちの少なくとも一種の金属を含む合金で構成されていることを特徴とする。

【0010】更に、請求項3に記載の発明は、請求項1又は2に記載の垂直磁気記録媒体において、前記非磁性基体と前記軟磁性裏打ち層との間に、前記非磁性基体側の下地層と前記軟磁性裏打ち層側の磁区制御層を順次積層させたことを特徴とする。

【0011】請求項4に記載の発明は、垂直磁気記録媒体の製造方法であって、非加熱の非磁性基体上に軟磁性裏打ち層を成膜する工程と、該軟磁性裏打ち層上に中間層を成膜する工程と、該中間層上にグラニユラ構造を有するC<sub>o</sub>Cr系合金層の第1の磁性層をスパッタ法により成膜する工程と、該第1の磁性層上に非グラニユラ構造を有するC<sub>o</sub>Cr系合金層の第2の磁性層をスパッタ法により成膜する工程と、該第2の磁性層上に保護層を成膜する工程と、該保護層上に液体潤滑剤層を成膜する工程とを少なくとも備え、前記第1の磁性層の成膜時のガス圧が10mTorr以上で、かつ、前記第2の磁性層の成膜時のガス圧が15mTorr以下であることを特徴とする。

【0012】また、請求項5に記載の発明は、請求項4に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法において、前記第2の磁性層の成膜後に、成膜装置内において前記非磁性基体を加熱処理する工程を備えることを特徴とする。

【0013】また、請求項6に記載の発明は、請求項5に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法において、前記非

磁性基体の加熱処理後に、成膜装置内において前記非磁性基体を急冷する工程を備えることを特徴とする。

【0014】更に、請求項7に記載の発明は、請求項4～6のいずれかに記載の垂直磁気記録媒体の製造方法において、前記非磁性基体の直上に下地層を成膜する工程と、該下地層の直上に磁区制御層を成膜する工程とを備えることを特徴とする。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の実施の形態について説明する。

【0016】図1は、本発明の垂直磁気記録媒体の構成例を説明するための図で、垂直磁気記録媒体は、非磁性基体11上に、軟磁性裏打ち層12、中間層13、第1の磁性層14、第2の磁性層15、及び、保護層16が順次積層され、更に、保護層16の上には液体潤滑剤層17が形成されて構成されている。

【0017】また、図2は、本発明の垂直磁気記録媒体の他の構成例を説明するための図で、垂直磁気記録媒体は、非磁性基体21上に、複数層で構成された多層下地層22、磁区制御層23、軟磁性裏打ち層24、中間層25、第1の磁性層26、第2の磁性層27、及び、保護層28が順次積層され、更に、保護層28の上には液体潤滑剤層29が形成されて構成されている。

【0018】本発明の垂直磁気記録媒体において、非磁性基体11、21としては、通常の磁気記録媒体用に用いられるNiPメッキを施したAl合金や強化ガラス、或いは結晶化ガラス等を用いることができ、磁区制御層23としては、Mnを含む合金系からなるPtMn、IrMnなどの反強磁性膜、或いは非磁性基体21の半径方向に磁化を配向させたCoCrTa、CoCrPt、CoCrPtB膜などの硬質磁性膜を用いることができる。なお、この磁区制御層23は、5～300nm程度の膜厚とすることが好ましい。

【0019】多層下地層22としては、磁区制御層23としてMn合金系の反強磁性膜を用いる場合には、面心立方(fcc)構造を有するCu、Irなどの非磁性単金属、あるいはNiFeCrなどの非磁性合金などを用いることが望ましい。この場合、さらにその下層に、これらの非磁性単金属膜あるいは非磁性合金膜の微細構造を制御するために、3～30nmの膜厚のTa、Zr、Nbなどの層を設けることとしてもよい。また、磁区制御層23として硬質磁性膜を用いた場合には、多層下地層22としては、CrMo、CrWなどのCr合金などを用いることができる。この場合にも、さらにその下層に、これらのCr合金膜の微細構造を制御するために下地層を設けてもよい。なお、この多層下地層22は、必ずしも複数の層から構成された多層下地層である必要はなく、所望により、単層の下地層であってもよい。

【0020】軟磁性裏打ち層12、24としては、NiFe合金、センダスト(FeSiAl)合金等を用いる

ことができるが、非晶質のCo合金、例えばCoNbZr、CoTaZrなどを用いることにより良好な電磁変換特性を得ることができる。なお、軟磁性裏打ち層12、24の膜厚の最適値は、磁気記録に用いる磁気ヘッドの構造や特性によって変化するが、生産性との兼ね合いから10nm以上300nm以下であることが望ましい。

【0021】中間層13、25としては、第1の磁性層14、26の結晶配向性、結晶粒径及び、粒界偏析を好適に制御するための材料を適宜用いることができ、特に、第1の磁性層14、26の結晶配向制御の観点からは、六方最密充填(hcp)の結晶構造を有するTi、Re、Ru、Osのいずれかの金属、またはTi、Re、Ru、Osのうちの少なくとも一種の金属を含む合金であることが望ましい。なお、その膜厚は特に限定されるものではないが、記録再生分解能の向上や生産性の観点からは、第1の磁性層14、26の結晶構造制御のために必要とされる最小限の膜厚とすることが望ましい。

【0022】第1の磁性層14、26は、強磁性を有するCoCr系合金結晶粒とそれを取り巻く非磁性粒界からなり、かつ、その非磁性粒界が金属の酸化物または窒化物からなる、いわゆるグラニュー磁性層である。このグラニュー構造は、例えば、非磁性粒界を構成する酸化物を含有する強磁性金属をターゲットとしたスパッタリングや、酸素を含有するArガス雰囲気中で強磁性金属をターゲットとした反応性スパッタリングによって作製することができる。なお、グラニュー磁性層として良好な特性を得るためには、成膜時のガス圧を10mTorr以上にすることが必要である。

【0023】ここで、強磁性を有する結晶を成膜するための材料としてはCoCr系合金が好適に用いられ、特に、優れた磁気特性と記録再生特性を得る観点からは、CoCr合金にPt、Ni、Taのうちの少なくとも1つの元素を添加することが望ましい。一方、非磁性粒界を構成する材料としては、安定なグラニュー構造を形成する観点から、Cr、Co、Si、Al、Ti、Ta、Hf、Zrのうちの少なくとも1つの元素の酸化物を用いることが望ましく、その膜厚は、記録再生分解能を高めるために、30nm以下とすることが望ましい。

【0024】第2の磁性層15、27は、非磁性粒界には金属の酸化物や窒化物を含有しない非グラニュー構造のCoCr系合金結晶質膜で構成されている。このCoCr系合金結晶質膜の成膜に使用可能な材料の例としては、CoCr、CoCrTa、CoCrPt、CoCrPtTa、CoCrPtB等の合金系材料を挙げることができる。なお、耐久性に優れた垂直磁気記録媒体を作製するためには、第2の磁性層14、27を成膜する際のガス圧は15mTorr以下にする必要があり、その膜厚は20nm以下であることが望ましい。

【0025】すなわち、本発明の垂直磁気記録媒体では、磁気記録を行なうための磁性層を2層で構成し、非磁性基体側の第1の磁性層を、その非磁性粒界が金属の酸化物または窒化物からなるグラニュー構造のCoCr系合金で構成し、この上に設けられる第2の磁性層を、非磁性粒界に金属の酸化物や窒化物を含有しない非グラニュー構造のCoCr系合金で構成している。これらの磁性層のうち、第1の磁性層が、そのグラニュー構造に起因する良好な電磁変換特性を担保する一方、第2の磁性層は、第1の磁性層の非磁性粒界から溶出してくるCo原子をブロックして媒体の高い耐久性を担保するように構成されている。

【0026】保護層16、28は、従来より使用されている保護膜を用いることができ、例えば、カーボンを主体とする保護膜を用いることができる。また、液体潤滑剤層17、29も、従来より使用されている材料を用いることができ、例えば、パーフルオロポリエーテル系の潤滑剤を用いることができる。なお、保護層16、28の膜厚等の条件や、液体潤滑剤層17、29の膜厚等の条件は、通常の磁気記録媒体で用いられる諸条件をそのまま用いることができる。

【0027】以下に本発明の垂直磁気記録媒体の製造方法の実施例について説明する。なお、これらの実施例は、本発明の垂直磁気記録媒体の製造方法を好適に説明するための代表例に過ぎず、これらに限定されるものではない。

【0028】(実施例1) 非磁性基体として、表面が平滑な化学強化ガラス基板(例えばHOYA社製N-5ガラス基板)を用い、これを洗浄後スパッタ装置内に導入し、CoZrNb非晶質軟磁性裏打ち層を200nm、Ru中間層を30nm積層させた後、CoCrPt-SiO<sub>2</sub>ターゲットを用いたRFスパッタ法により第1の磁性層を20nm成膜し、更に、CoCrPtBターゲットを用いて第2の磁性層を10nm成膜させた。ここで、第1の磁性層及び第2の磁性層は、ガス圧を種々変化させた条件で成膜している。最後にカーボンからなる保護層5nmを成膜後、真空装置から取り出し、その後、パーフルオロポリエーテルからなる液体潤滑剤層2nmをディップ法により形成して垂直磁気記録媒体とした。なお、成膜に先立つ基板加熱、並びに、磁性層成膜後の加熱・急冷処理は行っていない。

【0029】このようにして作製した垂直磁気記録媒体を、85℃で80%RHの高温高湿環境下に96時間放置した後に50mlの純水中で3分間揺動して溶出したCoを抽出し、その濃度をICP発光分光分析法によって測定した。なお、第1及び第2の磁性層成膜後の媒体の磁化曲線を振動試料型磁力計で測定して磁気特性を評価すると共に、全層を成膜した媒体の電磁変換特性をGMRヘッドを備えたスピンスターにより評価した。

【0030】表1は、第1並びに第2の磁性層を成膜する際のガス圧を種々変化させて作製した垂直磁気記録媒体のC<sub>o</sub>溶出量を纏めた結果である。

【0031】

【表1】

		第2磁性層成膜ガス圧(mTorr)				
		5	10	15	20	50
第1磁性層 成膜ガス圧 (mTorr)	5	1.2	2.5	3.4	9.4	26.9
	10	2.3	3.6	4.4	10.8	35.2
	15	3.1	6.2	6.7	13.2	42.6
	20	5.8	7.8	8.7	15.4	58.1
	50	7.6	8.9	9.2	18.4	65.8
	100	8.7	9.5	9.8	21.3	89.7

(単位:  $\mu\text{g}/\text{m}^2$ )

【0032】この表から明らかなように、第1の磁性層、第2の磁性層共に、成膜時のガス圧を低下させることにより、C<sub>o</sub>の溶出量を抑制することができる。特に、第2の磁性層のガス圧を15mTorr以下とした場合には、第1の磁性層のガス圧によらず、C<sub>o</sub>の溶出量を $10\mu\text{g}/\text{m}^2$ 以下に抑えることが可能である。

【0033】表2は、第1並びに第2の磁性層の成膜時のガス圧を種々変化させて作製した垂直磁気記録媒体の350kFCIにおけるSNR（電磁変換特性の信号とノイズの比）を纏めた結果である。

【0034】

【表2】

		第2磁性層成膜ガス圧(mTorr)				
		5	10	15	20	50
第1磁性層 成膜ガス圧 (mTorr)	5	14.6	14.3	14.1	13.5	12.1
	10	15.2	15.1	15.0	13.9	12.5
	15	16.3	16.1	15.5	15.2	15.1
	20	16.7	16.4	15.7	15.3	15.2
	50	17.1	16.8	16.0	15.6	15.4
	100	18.3	17.2	16.9	16.1	15.8

(単位: dB)

【0035】この表から分かるように、第1の磁性層成膜時のガス圧を15mTorr以上とした場合には、第2の磁性層の成膜時のガス圧によらず、15dB以上の良好な電磁変換特性が得られている。また、第2の磁性層成膜時のガス圧が15mTorr以下の領域においては、第1の磁性層成膜時のガス圧が10mTorr以上の媒体においても15dB以上の値が得られている。

【0036】このように、C<sub>o</sub>溶出量を $10\mu\text{g}/\text{m}^2$ 以下に抑制し、かつ、記録密度350kFCIでのSNR値を15dB以上にするためには、第1の磁性層の成膜時のガス圧を10mTorr以上とし、かつ、第2の磁性層の成膜時のガス圧を15mTorr以下にする必要があることが分かる。

【0037】（実施例2）成膜に先立つ基板加熱（前加

熱）、及び、第2の磁性層成膜後の加熱（後加熱）、並びに、急冷処理を同一装置内で行って作製したこと以外は上述した実施例1と同様にして磁気記録媒体を作製した。但し、第1の磁性層成膜時のガス圧を50mTorr、第2の磁性層成膜時のガス圧を5mTorr一定とした。

【0038】表3は、前加熱温度を200℃、後加熱温度200℃、後加熱処理に連続して行う冷却処理工程は10秒後の基板温度が100℃となるように調整を行い、それぞれの処理の有無による保磁力（H<sub>c</sub>）並びにSNR値の値を纏めた結果である。

【0039】

【表3】

前加熱	後加熱	急冷	H <sub>c</sub> (Oe)	SNR(@350kFCI) (dB)
なし	なし	なし	3500	17.1
なし	あり	なし	4300	19.3
なし	あり	あり	4500	20.8
あり	なし	なし	820	8.3
あり	あり	なし	1250	10.5
あり	あり	あり	1300	10.8

【0040】この表から分かるとおり、前加熱処理を行うことにより、磁気特性並びにSNRが急激に低下しており、第1の磁性層であるグラニュー磁性層を成膜する際は、事前に加熱せずに成膜プロセスを行なう必要がある。また、後加熱処理を行った場合には磁気特性とSNRの値が大幅に増加している。これは、後加熱処理により第2の磁性層であるCoCr系合金結晶質膜の特性が改善されたためである。更に、後加熱処理に連続して急冷処理を行うことにより、さらに特性が向上していることが分かる。

【0041】（実施例3）表4は、中間層として各種の材料を用い、その膜厚を30nmとした以外は実施例1と同様にして作製した磁気記録媒体の、磁性層のhcp（002）回折線をX線回折法により求めたロッギングカーブの半値幅 $\Delta\theta_{50}$ 値を纏めた結果である。なお、比較のため、中間層として体心立方（bcc）構造をもつTa、及びCrを使用した場合についても示している。

【0042】

【表4】

中間層材料	中間層の結晶構造	$\Delta\theta_{50}$ (度)
Ru	hcp構造	5.0
Re		5.6
Os		6.5
Ti		8.1
Ru-20%W		4.9
Ti-10%Cr		7.5
Ta	bcc構造	25.0
Cr		20.4

【0043】この表から、非磁性下地層としてbcc構造をもつTaやCrを使用した場合に比べ、hcp構造をもつ各種材料を用いた場合に $\Delta\theta_{50}$ が改善され、磁性層の結晶配向制御が有効に行なわれることがわかる。

【0044】（実施例4）実施例1に記載の製造方法において、非磁性基板と軟磁性裏打ち層との間に、Taターゲットを用いTaの第1下地層を5nm、NiFeCrターゲットを用いNiFeCrの第2下地層を5nm、及び、IrMnの磁区制御層を10nm成膜したことを除き実施例1と同様の手順で磁気記録媒体を作製した。

【0045】この方法にて作製した垂直磁気記録媒体と、実施例1の方法にて作製した垂直磁気記録媒体において、磁気特性並びにSNRに関しては、特に差異が認められなかった。

【0046】図3は、これらの各々の方法で作成した垂直磁気記録媒体のスピンスタンドテスターによる1周分の出力波形を比較したものである。下地層並びに磁区制御層を備えない構造の実施例1に示した方法で作製した垂直磁気記録媒体では、全周に渡り不均一にスパイクノイズが発生しているのに対し、下地層並びに磁区制御層

を備える構成とすることにより、スパイクノイズは顕著に減少していることが分かる。これは、非磁性基板上に下地層並びに磁区制御層を備えることにより、これらに続いて積層される軟磁性裏打ち層に磁壁が形成されないようになるためである。

【0047】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の垂直磁気記録媒体では、磁気記録を行なうための磁性層を2層で構成し、非磁性基体側の第1の磁性層を、その非磁性粒界が金属の酸化物または窒化物からなるグラニュー構造のCoCr系合金で構成し、この上に設けられる第2の磁性層を、非磁性粒界に金属の酸化物や窒化物を含有しない非グラニュー構造のCoCr系合金で構成している。これらの磁性層のうち、第1の磁性層が、そのグラニュー構造に起因する良好な電磁変換特性を担保する一方、第2の磁性層は、第1の磁性層の非磁性粒界から溶出してくるCo原子をブロックして媒体の高い耐久性を担保するように構成したので、優れた磁気特性と電磁変換特性を有し、かつ、85℃で80%RHの高温高湿環境下に96時間以上放置しても、50mlの純水中で3分間揺動して抽出したCoの量をICP発光分光分析に



よって測定した値が、ディスクの面積  $1\text{m}^2$  あたり  $10\mu\text{g}$  以下に抑制され、充分な長期信頼性を有する媒体が実現できる。

【0048】さらに、非磁性基体と軟磁性裏打ち層との間に、1層あるいは複数層からなる下地層並びに磁区制御層を付与することにより軟磁性裏打ち層に起因して発生するスパイクノイズを大幅に抑制することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の垂直磁気記録媒体の構成例を説明するための図である。

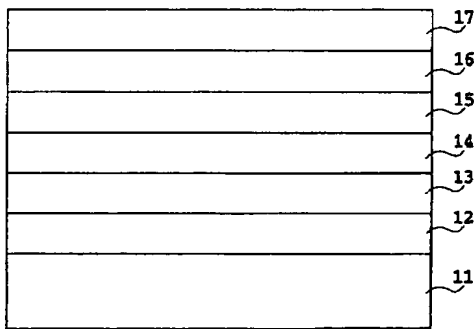
【図2】本発明の垂直磁気記録媒体の他の構成例を説明するための図である。

【図3】本発明の垂直磁気記録媒体のスピンスタンドテストによる1周分の出力波形説明するための図である。

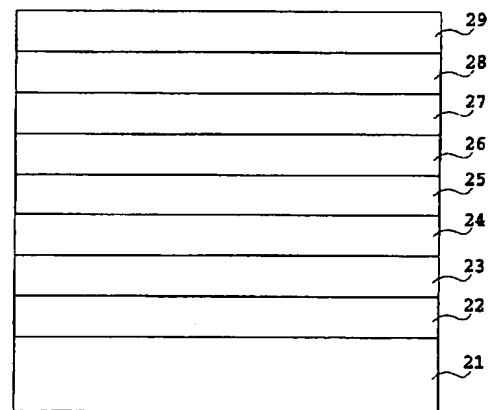
【符号の説明】

- 11、21 非磁性基体
- 12、24 軟磁性裏打ち層
- 13、25 中間層
- 14、26 第1の磁性層
- 15、27 第2の磁性層
- 16、28 保護層
- 17、29 液体潤滑剤層
- 22 多層下地層
- 23 磁区制御層

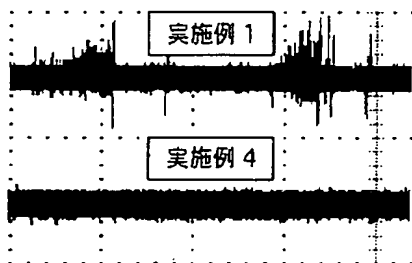
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

ターマコード (参考)

H 0 1 F 10/16

H 0 1 F 10/16

41/18

41/18

(72) 発明者 上住 洋之

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

F ターム(参考) 5D006 BB02 BB07 BB08 CA01 CA03  
CA05 CA06 DA03 DA08 EA03  
FA02 FA09  
5D112 AA03 AA04 AA05 AA24 BB05  
BB06 BD03 FA04 FB20 FB26  
5E049 AA04 BA08 GC01

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox**